

PATENT COOPERATION TREATY

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

To:

Commissioner
 US Department of Commerce
 United States Patent and Trademark
 Office, PCT
 2011 South Clark Place Room
 CP2/5C24
 Arlington, VA 22202
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 18 December 2000 (18.12.00)	Applicant's or agent's file reference 18930
International application No. PCT/RU99/00368	Priority date (day/month/year) 22 April 1999 (22.04.99)
International filing date (day/month/year) 08 October 1999 (08.10.99)	
Applicant NIKULINA, Antonina Vasilievna et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

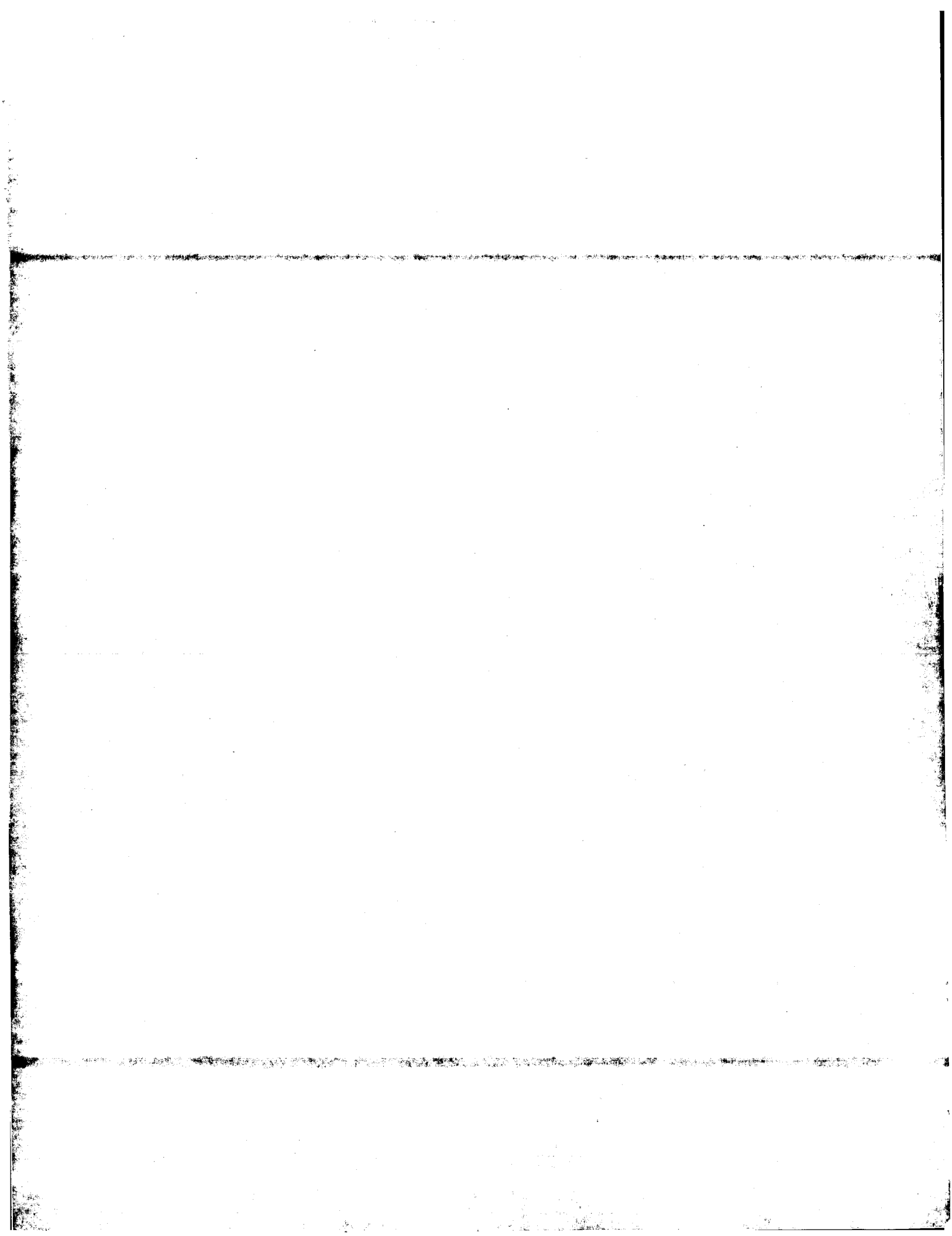
14 November 2000 (14.11.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer F. Baechler
Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Telephone No.: (41-22) 338.83.38



СПЛАВ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТОВ АКТИВНОЙ ЗОНЫ АТОМНЫХ РЕАКТОРОВ

Область техники

5 Изобретение относится к области металлургии, в частности, к сплавам на основе циркония для активной зоны атомных реакторов.

Предшествующий уровень техники

10 В конструкции активной зоны атомных энергетических реакторов на тепловых нейтронах в качестве оболочек твэлов, труб технологических каналов и других конструкционных элементов используются сплавы на основе циркония.

15 К указанным сплавам предъявляется целый ряд требований по коррозионной стойкости в воде и в среде высокотемпературного водяного пара, прочности, по сопротивлению окислению, наводороживанию, радиационному росту и ползучести. Сплав должен обладать высокими технологическими характеристиками.

Известен сплав на основе циркония, содержащий 1 - 4 мас. % ниобия и 0,1 - 0,2 мас. % кислорода, состоящий преимущественно из полученной в результате мартенситного превращения β -фазы и мелкодисперсной вторичной фазы, богатой ниобием (GB, A, 997761).

20 Изделия, изготовленные из известного сплава, обладают недостаточно широким комплексом коррозионных свойств, в том числе недостаточно высоким сопротивлением нодулярной коррозии в кипящей воде.

Известен сплав на основе циркония, содержащий в мас. % : ниобий 0,5 - 1,5; олово 0,9 - 1,5; железо 0,3 - 0,6; хром 0,005 - 0,2; углерод 0,005 - 0,04; кислород 0,05 - 0,15; кремний 0,005 - 0,15, причем, структура сплава представляет собой металлическую матрицу, упрочненную ниобий- и железосодержащими интерметаллидами с объемным содержанием суммарной суммы интерметаллидов $Zr(Fe, Nb)_2 + Zr(Fe, Cr, Nb) + (Zr, Nb)_3 Fe$ не менее 60% от общего содержания железосодержащих интерметаллидов при расстоянии между ними $0,3 \pm 0,09$ мкм (RU, A, 2032759).

25

30

Изделия, изготовленные из известного сплава, обладают высокими прочностными характеристиками, сопротивлению радиационному росту, ползучести, коррозионной стойкостью. Однако, коррозия в водной среде изделий, изготовленных из известного сплава, протекает с образованием более толстых окислов, в чем уступает предлагаемому сплаву.

Известен сплав на основе циркония, содержащий в мас. % : ниобий 0,8 - 1,3; железо 0,005 - 0,025; кремний менее 0,012; углерод менее 0,02; кислород менее 0,16; остальное — цирконий (EP, A, 0720177A1).

Данное техническое решение, как наиболее близкое по технической сущности к заявленному, выбрано в качестве прототипа.

Изделия, изготовленные из известного сплава, обладают недостаточно широким комплексом коррозионных и механических свойств. Пониженное содержание ниобия и железа не позволяет получить структуру, которая обеспечивает сплаву высокую коррозионную стойкость, особенно, сопротивление нодулярной коррозии, прочность, сопротивление ползучести и радиационному росту.

Раскрытие изобретения

В основу настоящего изобретения поставлена задача создать сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов, изделия из которого обладают стабильными свойствами, такими как коррозионная стойкость, прочность, сопротивление радиационному росту и ползучести, высоким сопротивлением нодулярной коррозии, позволяющими повысить ресурс работы изделий в активной зоне атомного реактора.

Поставленная задача решается тем, что сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов, содержащий ниобий, железо, кислород, углерод, кремний, согласно изобретению, дополнительно содержит никель при следующем соотношении компонентов, в мас. % :

ниобий	0,5 - 3,0
железо	0,005 - 0,5
кислород	0,03 - 0,2
углерод	0,001 - 0,04
кремний	0,002 - 0,1

никель 0,003 - 0,02

цирконий остальное,

а структура сплава дополнительно содержит частицы β Nb-фазы размером менее 0,1 мкм с содержанием в ней ниобия 60 - 95 %, равномерно распределенные в α -твердом растворе. Структура также может дополнительно содержать частицы интерметаллидов Zr-Fe-Nb, размером менее 0,3 мкм.

Сплав может содержать компоненты при следующем соотношении, в мас. % :

ниобий 0,5 - 3,0

железо 0,005 - 0,02

кислород 0,03 - 0,12

углерод 0,001 - 0,02

кремний 0,002 - 0,02

никель 0,003 - 0,02

цирконий остальное,

при содержании ниобия в частицах β Nb-фазы 75 - 95 %.

Сплав может содержать компоненты при следующем соотношении в мас.% :

ниобий 0,5 - 3,0

железо 0,02 - 0,5

кислород 0,03 - 0,12

углерод 0,001 - 0,02

кремний 0,002 - 0,02

никель 0,003 - 0,02

цирконий остальное,

при соотношении железа к ниобию 0,05 - 0,2.

Сплав может содержать компоненты при следующем соотношении в мас. % :

ниобий 0,5 - 3,0

железо 0,005 - 0,5

кислород 0,1 - 0,2

углерод 0,001 - 0,02

кремний 0,002 - 0,1

никель 0,003 - 0,02

цирконий остальное,

при содержании в частицах β Nb-фазы 75 - 95 % ниобия, а α -раствор дополнительно упрочен кислородом.

Предложенный сплав, в отличие от прототипа, позволяет получить оптимальное
5 структурно-фазовое состояние, обеспечивающее высокие: коррозионную стойкость в воде и в среде водяного пара, прочность, сопротивление ползучести и радиационному росту.

Изготовление изделий из предложенного сплава путем более точного выбора соотношения входящих в сплав компонентов позволяет создать определенную структуру
10 сплава в готовых изделиях, которая содержит α -твердый раствор циркония, равномерно распределенные мелкодисперсные частицы равновесной β Nb-фазы, твердого раствора циркония в ниобии с объемноцентрированной кубической решеткой с параметром $a=3,33 - 3,35\text{\AA}$, с содержанием в нем ниобия более 75 %, что соответствует равновесному составу β Nb-фазы. Структура материала может также включать мелко-
15 дисперсные частицы интерметаллидов Zr-Fe-Nb.

Предложенный химический состав сплава и наличие в его структуре β Nb-фазы размером менее 0,1 мкм с содержанием в ней 75 - 95 % ниобия обеспечивает создание равновесной и высокодисперсной структуры, что способствует увеличению стабильности свойств изделий, особенно коррозионной стойкости и пластичности, в процессе
20 эксплуатации.

Количество ниобия 75 - 95 % в β Nb-фазе обеспечивает ее равновесность и дисперсность менее 0,1 мкм. Такая структура обеспечивает сплаву высокую коррозионную стойкость в высокотемпературной воде и пластичность. Учитывая, что коррозионная стойкость является основной эксплуатационной характеристикой циркониевых
25 изделий, используемых в активной зоне ядерных реакторов, структура сплава, содержащая β Nb-фазу равновесного состава, обеспечивает готовым изделиям высокие коррозионные характеристики в высокотемпературной воде.

Выбор соотношения железа к ниобию менее 0,2 позволяет обеспечить дополнительное выделение частиц железосодержащих интерметаллидов Zr-Fe-Nb размером
30 менее 0,3 мкм, равномерно распределенных в α -твердом растворе, что способствует увеличению прочностных характеристик в процессе эксплуатации изделий. Кроме того,

присутствие в структуре сплава интерметаллидов Zr-Fe-Nb способствует повышению сопротивления сплава нодулярной коррозии в условиях кипения, сопровождающееся утонением стенки и гидрированием оболочки, а также образованием толстых окисных пленок, снижающих теплопроводность оболочки. Присутствие в структуре сплава интерметаллидов Zr-Fe-Nb снижает склонность сплава к нодулярной коррозии в 1,5 - 2

5 раза.

При увеличении соотношения железа к ниобию выше 0,2 не выдерживается состав β Nb-фазы, то есть количество ниобия в β Nb-фазе уменьшается, и как следствие этого, уменьшается стабильность коррозионных свойств.

10 Увеличение содержания кислорода в сплаве повышает сопротивление ползучести и радиационному росту при рабочих температурах в 2.5 - 6 раз. Более высокое сопротивление ползучести сохраняется и в нейтронном поле. Кроме того, присутствие кислорода стабилизирует коррозионную стойкость и делает ее менее зависимой от режимов горячей обработки и термообработки. При этом повышаются и стабилизируются

15 коррозионные и прочностные характеристики сплава за счет упрочнения α -твердого раствора кислородом.

Лучший вариант осуществления изобретения.

Для лучшего понимания изобретения ниже приведены конкретные примеры его выполнения.

20 Пример 1.

Из сплава, по изобретению, были изготовлены слитки методом вакуумно-дуговой плавки. Указанные слитки были подвергнуты полному переделу, имитирующему изготовление полуфабрикатов, а именно, горячей деформации (ковке, прокатке), β -закалке, прессованию в верхней части α -области и далее холодному переделу с

25 промежуточными α -отжигами, что позволяет получить структуру с необходимым набором фаз, повышающих коррозионную стойкость и прочность, основная доля которых падает на β Nb-фазу размером не более 0,1 мкм с содержанием в ней 75 - 95 % ниобия.

Изобретение иллюстрируется примерами, приведенными в таблицах 1, 2, 3. В

30 таблице 1 даны составы сплавов по изобретению и пототипу. В таблице 2 приведены

характеристики β Nb-фазы. В таблице 3 представлены свойства этих сплавов. Сплав по прототипу изготавливался по технологии, заявленной в патенте.

Таблица 1

№№ образ- ца	Легирующий компонент, мас. %						Структура
	нио- бий	желе- зо	кис- ло- род	угле- род	крем- ний	ни- кель	
1	1,1	0,01	0,1	0,008	0,006	0,005	α -твердый раствор, β Nb-фаза.
2	2,5	0,01	0,1	0,009	0,008	0,003	α -твердый раствор, β Nb-фаза.
3	2,5	0,5	0,05	0,02	0,02	0,006	α -твердый раствор, β Nb-фаза, интерме- таллиды Zr-Fe-Nb.
4	2,0	0,1	0,03	0,001	0,002	0,02	α -твердый раствор, β Nb-фаза, интерме- таллиды Zr-Fe-Nb.
5	1,5	0,01	0,2	0,015	0,005	0,02	упрочненный O ₂ α -твердый раствор, β Nb-фаза.
6	0,5	0,005	0,15	0,04	0,1	0,02	упрочненный O ₂ α -твердый раствор, β Nb-фаза.
7	0,4	0,004	0,02	0,01	0,01	0,008	α -твердый раствор,
8 прото тип	0,8	0,005	0,1	0,001	0,005	-	α -твердый раствор, вторая фаза

Таблица 2

№№ образ- цов	Характеристика частиц β Nb-фазы в материале готового изделия		
	Размер частиц, мкм	Расстояние между частицами, мкм	Содержание Nb в час- тицах β Nb-фазы, %
1	0,04	0,15-0,20	85
2	0,05	0,12-0,15	90
3	0,08	0,12-0,17	85
4	0,06	0,12-0,15	85
5	0,06	0,12-0,17	80
6	0,03	0,18-0,20	75
7	-	-	-
8	-	-	-

Таблица 3

№№ образ- цов	Скорость ползу- чести, $\sigma=100$ МПа при 350°C, %/час	Привес в воде ав- токлава при темпе- ратуре 350°C, дав- лении 168 Ра, за 3000 час, мг/дм ²	Деформация радиаци- онного роста при флю- енсе $5,4 \cdot 10^{26}$ м ⁻² (E > 0,1 МэВ) %
1	$3,3 \cdot 10^{-4}$	35-40	1,50-1,70
2	$2,0 \cdot 10^{-4}$	40-45	1,10-1,30
3	$6,0 \cdot 10^{-5}$	35-40	0,40-0,45
4	$9,0 \cdot 10^{-5}$	35-40	0,70-0,8
5	$7,0 \cdot 10^{-5}$	37-42	0,85-0,95
6	$1,8 \cdot 10^{-4}$	45-50	1,50-1,70
7	$7,0 \cdot 10^{-4}$	65-75	2,00-2,20
8	$4,5 \cdot 10^{-4}$	50-65	1,75-1,90

Как видно из приведенных примеров, при содержании ниобия ниже 0,5 мас. % (пример 7) выделения β Nb-фазы не наблюдается, что отрицательно сказывается на коррозионной стойкости сплава. Так, привес образца в воде автоклава составил 65 - 75

мг/дм² вместо 35 -50 мг/дм² для сплавов с β Nb-фазой. Кроме того, на коррозионные свойства влияет размер частиц β Nb-фазы, расстояние между ними, объемная доля частиц, а главное, содержание в них ниобия. Наиболее благоприятными с точки зрения сочетания свойств являются составы сплавов по примерам 1, 2, 3, 4, 5, 6. В сплавах по примерам 1 и 2 структура содержит α -твердый раствор с выделениями β Nb-фазы, размером не более 0,05 мкм и содержанием в ней ниобия 85 -90 %, что соответствует равновесному составу β Nb-фазы, коррозионная стойкость этих сплавов выше, чем у сплава с за пределами значениями ниобия и железа (пример 7) и прототипа (пример 8).

Сплавы по примерам 3 и 4 дополнительно содержат интерметаллиды Zr-Fe-Nb (пример 3 с соотношением железа к ниобию равным 0,2 ; пример 4 с соотношением железа к ниобию — 0,05), которые дополнительно упрочняют матрицу сплава, повышая при этом не только коррозионные свойства, особенно сопротивление нодулярной коррозии, но и сопротивление ползучести и деформации радиационного роста (таблица 3).

Сплав по примеру 5 дополнительно содержит повышенное (0,2 мас. %) количество кислорода, что повышает сопротивление ползучести и радиационному росту, стабилизирует коррозионную стойкость за счет упрочнения α -матрицы (таблица 3).

Сплав по примеру 6 содержит повышенное количество кислорода и минимальное значение по ниобию, это приводит к снижению количества β Nb-фазы в структуре, однако из-за того, что частицы β Nb-фазы очень дисперсные (0,03 мкм) и равновесного состава (75 % ниобия), а α -твердый раствор упрочнен кислородом, характеристики этого сплава находятся в допустимых пределах по эксплуатационным требованиям. Структура материала, который может быть получен из сплава по прототипу, не приводится. Вероятно, в данной структуре состав второй фазы неравновесный. Поэтому свойства материала из сплава по прототипу уступают свойствам предложенного материала.

Упрочнение α -твердого раствора кислородом дополнительно повышает прочность, сопротивление ползучести и стабилизирует коррозионную стойкость.

Таким образом, использование предлагаемого сплава позволяет получить изделие с однородной структурой и мелкодисперсным и равномерным распределением в ней частиц β Nb-фазы равновесного состава. В результате формирования такой струк-

туры материал изделия имеет высокое сопротивление коррозии, радиационному росту и ползучести. Присутствие в структуре сплава интерметаллидов Zr-Fe-Nb и наличие железа и ниобия в α -твердом растворе способствует повышению сопротивления сплава ползучести и радиационному росту.

5

Промышленная применимость.

Наиболее эффективно настоящее изобретение может быть применено для изготовления изделий, используемых в активной зоне атомных реакторов. Кроме того, указанный сплав может быть использован в химической промышленности, в медицинской промышленности и других областях техники, где требуются высокая коррозионная стойкость, пластичность, сопротивление разрушению и высокая радиационная стойкость.

10

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов, содержащий ниобий, железо, кислород, углерод, кремний, и характеризующийся структурой, содержащей α -твердый раствор циркония, отличающийся тем, что сплав содержит никель при следующем соотношении компонентов, в мас. % :

ниобий	0,5 - 3,0
железо	0,005 - 0,5
кислород	0,03 - 0,2
углерод	0,001 - 0,04
кремний	0,002 - 0,1
никель	0,003 - 0,02
циркони	остальное,

а структура сплава дополнительно содержит частицы β Nb-фазы размером менее 0,1 мкм с содержанием в ней ниобия 60 - 95 %, равномерно распределенные в α -твердом растворе.

2. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов по п. 1, отличающийся тем, что его структура дополнительно содержит частицы интерметаллидов Zr-Fe-Nb.

3. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов по п. 1, отличающийся тем, что он содержит указанные компоненты при следующем соотношении, в мас. % :

ниобий	0,5 - 3,0
железо	0,005 - 0,02
кислород	0,03 - 0,12
углерод	0,001 - 0,02
кремний	0,002 - 0,02
никель	0,003 - 0,02
циркони	остальное,

при содержании ниобия в частицах β Nb-фазы 75-95%.

4. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов по п. 2, отличающийся тем, что он содержит указанные компоненты при сле

дующем соотношении в мас. % :

ниобий	0,5 - 3,0
железо	0,02 - 0,5
кислород	0,03 - 0,12
углерод	0,001 - 0,02
кремний	0,002 - 0,02
никель	0,003 - 0,02
цирконий	остальное,

при соотношении железа к ниобию 0,05 - 0,2.

- 10 5. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов по пп. 1 или 2, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что он содержит указанные компоненты при следующем соотношении в мас. % :

ниобий	0,5 - 3,0
железо	0,005 - 0,5
кислород	0,1 - 0,2-
углерод	0,001 - 0,02
кремний	0,002 - 0,1
никель	0,003 - 0,02
цирконий	остальное,

- 20 при содержании ниобия в частицах β Nb-фазы 75-95%, а α -твердый раствор дополнительно упрочнен кислородом.

6. Сплав на основе циркония для элементов активной зоны атомных реакторов по любому из пунктов 2 или 4 или 5, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что размер частиц интерметаллидов Zr-Fe-Nb менее 0,3 мкм.

2

6

2

6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT /RU 99 /00368

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 : C22C 16/00, G21C 3/07

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 : C22C 16/00, G21C 3/07

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0720177 A1 (FRAMATOME at al) 3 July 1996 (03.07.96), the claims	1-6
A	RU 2032759 C1 (VSEROSSYSKY NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY INSTITUT NEORGANICHESKIKHMATERIALOV) 10 April 1995 (10.04.95), the claims	1-6
A	EP 0538778 A1 (ABB ATOM AB) 28 April 1993 (28.04.93), the claims	1-6
A	EP 0532830 A1 (COMBUSTION ENGINEERING.INC.) 24 March 1993 (28.03.93), the claims	1-6
A	US 5366690 A (COMBUSTION ENGINEERING.INC.) 22 November 1994 (22.11.94), the claims	1-6
A	US 5125985 A (WESTINGHOUSE ELECTRIC CORP.) 30 June 1992 (30.06.92), the claims	1-6
A	JP 01301830 A (SUMITOMO METAL TND LTD) 12 June 1989 (12.06.89), the abstract	1-6

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☐ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
2 February 2000 (02.02.00)

Date of mailing of the international search report
17 February 2000 (17.02.00)

Name and mailing address of the ISA/RU

RU

Authorised officer

Telephone No.

4

!

.

f

6

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №
PCT/RU 99/00368

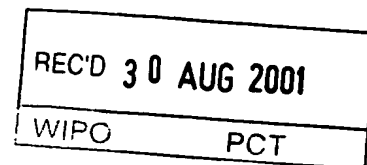
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:		
Согласно международной патентной классификации (МПК-7)		C22C 16/00, G21C 3/07
В. ОБЛАСТИ ПОИСКА:		
Проверенный минимум документации (система классификации и индексы) МПК-7: C22C 16/00, G21C 3/07		
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:		
Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, поисковые термины):		
С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:		
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	EP 0720177 A1 (FRAMATOME et al) 03.07.1996, формула	1-6
A	RU 2032759 C1 (ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ) 10.04.95, формула	1-6
A	EP 0538778 A1 (ABB ATOM AB) 28.04.93, формула	1-6
A	EP 0532830 A1 (COMBUSTION ENGINEERING, INC.) 24.03.93, формула	1-6
A	US 5366690 A (COMBUSTION ENGINEERING, INC.) Nov. 22, 1994, формула	1-6
A	US 5125985 A (WESTINGHOUSE ELECTRIC CORP.) Jun. 30, 1992, формула	1-6
A	JP 01301830 A (SUMITOMO METAL TND LTD) 12.06.89, реферат	1-6
<input type="checkbox"/> последующие документы указаны в продолжении графы С. <input type="checkbox"/> данные о патентах-аналогах указаны в приложении		
* Особые категории ссылочных документов: А документ, определяющий общий уровень техники Е более ранний документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее О документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д. Р документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета и т.д. Т более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения Х документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну и изобретательский уровень Y документ, порочащий изобретательский уровень в сочетании с одним или несколькими документами той же категории & документ, являющийся патентом-аналогом		
Дата действительного завершения международного поиска: 02 февраля 2000 (02.02.2000)		Дата отправки настоящего отчета о международном поиске: 17 февраля 2000 (17.02.2000)
Наименование и адрес Международного поискового органа: Федеральный институт промышленной собственности Россия, 121858, Москва, Бережковская наб., 30-1 Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		Уполномоченное лицо: Н.Носырева Телефон № (095)240-25-91

11

11

ДОГОВОР О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ

PCT



ЗАКЛЮЧЕНИЕ МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ

(статья 36 и правило 70 PCT)

№ дела заявителя или агента: <div style="text-align: center;">18930</div>	Для дальнейших действий см. уведомление о пересылке заключения международной предварительной экспертизы (форма PCT/PEA/416).	
Номер международной заявки: <div style="text-align: center;">PCT/RU 99/00368</div>	Дата международной подачи: <div style="text-align: center;">08 октября 1999 (08.10.1999)</div>	Самая ранняя дата приоритета: <div style="text-align: center;">22 апреля 1999 (22.04.1999)</div>
Международная патентная классификация (МПК-7): <div style="float: right;">C22C 16/00, G21C 3/07</div>		
Заявитель: ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИМЕНИ АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА и др.		
<p>1. Данное заключение международной предварительной экспертизы подготовлено настоящим Органом международной предварительной экспертизы и направлено заявителю в соответствии со статьей 36 PCT.</p> <p>2. Данное заключение содержит всего <u>3</u> листа, включая данный общий лист</p> <p><input type="checkbox"/> Данное заключение сопровождается также ПРИЛОЖЕНИЯМИ, т.е. листами описания, формулы и/или чертежей, которые были изменены и являются основой для данного заключения и/или листами, содержащими исправления, представленные настоящему Органу (см.Правило 70.16 и пункт 607 Административной инструкции PCT).</p> <p>Упомянутые приложения содержат всего _____ листов</p>		
<p>3. Данное заключение содержит информацию, относящуюся к следующим разделам</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Основа заключения</p> <p>II <input type="checkbox"/> Приоритет</p> <p>III <input type="checkbox"/> Отсутствие заключения относительно новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Нарушение единства изобретения</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Утверждение относительно новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости; ссылки и пояснения в обоснование утверждения (Статья 35(2))</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Некоторые цитируемые документы</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Некоторые дефекты международной заявки</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Некоторые замечания, касающиеся международной заявки</p>		
Дата представления требования: <div style="text-align: center;">14 ноября 2000 (14.11.2000)</div>	Дата подготовки заключения: <div style="text-align: center;">21 июня 2001 (21.06.2001)</div>	
Наименование и адрес Органа международной предварительной экспертизы: <div style="text-align: center;">Федеральный институт промышленной собственности</div> Россия, 121858, Москва, Бережковская наб., 30-1 Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА	Уполномоченное лицо: <div style="text-align: center;">Е. Носырева</div> Телефон №: (095)240-2591	

Форма PCT/PEA/409 (общий лист) (июль 1998)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ

Международная заявка №
PCT/RU 99/00368

I. Основа заключения

1. Элементы международной заявки:*

☒ международная заявка в том виде, в котором она была подана

☐ описание:

_____ страницы _____ первоначально поданные

_____ страницы _____ поданные вместе с требованием,

_____ страницы _____ поданные с письмом от _____

☐ формула изобретения:

_____ страницы _____ первоначально поданные

_____ страницы _____ поданные (вместе с объяснениями) по Статье 19

_____ страницы _____ поданные вместе с требованием,

_____ страницы _____ поданные с письмом от _____

☐ чертежи:

_____ страницы _____ первоначально поданные,

_____ страницы _____ поданные вместе с требованием,

_____ страницы _____ поданные с письмом от _____

☐ часть описания, касающаяся перечня последовательностей:

_____ страницы _____ первоначально поданные,

_____ страницы _____ поданные вместе с требованием,

_____ страницы _____ поданные с письмом от _____

2. Все отмеченные выше элементы были поданы в настоящий Органу изначально или были представлены на языке, на котором была подана международная заявка, если иное не указано в данном пункте.

Эти элементы были поданы в настоящий Орган или были представлены на следующем языке _____

который является:

☐ языком перевода, представленного для целей международного поиска (Правило 23.1 (в)).

☐ языком публикации международной заявки (Правило 48.3 (в)).

☐ языком перевода, представленного для целей международной предварительной экспертизы (Правило 55.2 и/или 55.3).

3. Относительно любой последовательности нуклеотидов и/или аминокислот, содержащейся в международной заявке, международная предварительная экспертиза была проведена на основе перечня последовательностей:

☐ содержащегося в международной заявке в письменной форме.

☐ поданного вместе с международной заявкой в машиночитаемой форме.

☐ представленного позже в настоящий Орган в письменной форме.

☐ представленного позже в настоящий Орган в машиночитаемой форме.

☐ Представлено утверждение о том, что позже представленный перечень последовательностей в письменной форме не выходит за пределы раскрытого в международной заявке в том виде, в каком она была подана.

☐ Представлено утверждение о том, что информация, записанная в машиночитаемой форме, идентична перечню последовательностей в письменной форме.

4. ☐ Изменения привели к изъятию:

☐ страниц описания _____

☐ пунктов формулы №№ _____

☐ страницы/фиг. чертежей _____

5. ☐ Настоящее заключение составлено без учета (некоторых) изменений, так как они выходят за рамки первоначально поданных материалов заявки, как указано на дополнительном листе (Правило 70.2(c))**

* Заменяющие листы, которые были представлены в Получающее ведомство в ответ на его предложение в соответствии со Статьей 14, расцениваются в данном заключении как "первоначально поданные" и не прикладываются к заключению, поскольку они не содержат исправлений (Правило 70.16 и 70.17)

** Любой заменяющий лист, содержащий такие изменения, должен быть рассмотрен в соответствии с пунктом I и приложен к данному заключению.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ ЭКСПЕРТИЗЫ

Международная заявка №

PCT/RU 99/00368

V. Утверждение в соответствии со ст. 35(2) в отношении новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости; ссылки и пояснения, подкрепляющие такое утверждение

1. Утверждение

Новизна (N)	Пункты	1-6	ДА
	Пункты		НЕТ
Изобретательский уровень (IS)	Пункты	1-6	ДА
	Пункты		НЕТ
Промышленная применимость (IA)	Пункты	1-6	ДА
	Пункты		НЕТ

2. Ссылки и пояснения (правило 70.7)

При составлении отчета использовались следующие документы:

D1- EP 0720177 A
D2- RU 2032759 C1
D3- EP 0538778 A1
D4- EP 0532830 A
D5- US 5366690 A1
D6- US 5125985 A
D7- JP 01301830 A

В источниках D2-D7 приведены составы сплавов на основе циркония, в которых присутствует ниобий, железо, кислород, углерод и кремний. В сплавы, согласно источникам D3, D6 и D7, дополнительно введен никель (в D3 содержание никеля равно 0,16-0,40% по весу, в D6- 0,07-0,28% по весу, а в D7- приблизительно 0,1%).

Наиболее близким сплавом на основе циркония для изготовления элементов активной зоны реакторов является сплав, описанный в D1 и содержащий 0,8-1,3% по весу ниобия, 50-250ppm железа, менее 1600ppm кислорода, менее 200ppm углерода, менее 120ppm кремния.

Предложенный сплав отличается от сплава, описанного в D1 тем, что содержит никель в количестве 0,003-0,02%, а также тем, что структура сплава содержит частицы β Nb- фазы размером менее 0,1мкм с содержанием в ней ниобия 60-95%, равномерно распределенные в α - твердом растворе.

Указанные отличия позволяют получить стабильные свойства, такие как коррозионная стойкость, прочность, сопротивление радиационному росту и ползучести, а также улучшают сопротивление нодулярной коррозии. Их влияние на повышение коррозионной стойкости и пластичности не является очевидным для специалиста.

Изобретение отвечает критериям новизна, изобретательский уровень и промышленная применимость.



Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

6

Applicant's or agent's file reference 18930	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/RU99/00368	International filing date (day/month/year) 08 October 1999 (08.10.99)	Priority date (day/month/year) 22 April 1999 (22.04.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C22C 16/00, G21C 3/07		
Applicant FEDERALNOE GOSUDARSTVENNOE UNITARNOE PREDPRYATIE "VSEROSSIISKY NAUCHNO- ISSLEDOVATELSKY INSTITUT NEORGANICHESKIKH MATERIALOV IMENI AKADEMIKA		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 3 sheets, including this cover sheet.
- ☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of _____ sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 14 November 2000 (14.11.00)	Date of completion of this report 21 June 2001 (21.06.2001)
Name and mailing address of the IPEA/RU	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/RU99/00368

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the claims:
pages _____, as originally filed
pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the drawings:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/RU 99/00368

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1 - 6	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1 - 6	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1 - 6	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

The following documents were used for establishing the present report:

D1 - EP 0720177 A
D2 - RU 2032759 C1
D3 - EP 0538778 A1
D4 - EP 0532830 A
D5 - US 5366690 A1
D6 - US 5125985 A
D7 - JP 01301830 A

The D2-D7 disclose compositions of zirconium-based alloys containing niobium, iron, oxygen, carbon and silicon. The alloys disclosed in the D3, D6 and D7 further include nickel (D3 has a nickel content of 0.16-0.40 wt % while D6 has a nickel content of 0.07-0.28 wt % and D7 has a nickel content of approximately 0.1 %).

The closest zirconium-based alloy for producing elements for the core of reactors is the alloy described in document D1, said alloy containing 0.8-1.3 wt % of niobium, 50-250 ppm of iron, less than 1600 ppm of oxygen, less than 200 ppm of carbon and less than 120 ppm of silicon.

The alloy proposed in this application is different from the alloy described in the document D1 in that it contains

nickel in an amount of 0.003-0.02 % and in that the structure of the alloy contains β Nb-phase particles having a size not exceeding 0.1 μm , the structure having a niobium content of 60-95 % while the particles are uniformly distributed in a α -hardness solution.

These differences impart stable properties to the alloy such as resistance to corrosion, strength, resistance to radiation rise and to creeping, and also increase the resistance to nodular corrosion. Their role in increasing corrosion resistance and plasticity is not obvious for the person skilled in the art.

The present invention meets the criteria of novelty, inventive step and industrial application.

